Bestimmung der Stärke in Cerealien durch Polarisation.

Von der

K. Technischen Hochschule zu München

zur Erlangung der Würde eines Doktors der technischen Wissenschaften (Doktor-Ingenieurs) genehmigte Dissertation.

Vorgelegt von

GUSTAV BELSCHNER,

DIPLOM-INGENIEUR.

Referent: **PROF. DR. CARL LINTNER.**

Korreferent: **PROF. DR. ANDREAS LIPP.**

Tag der mündlichen Prüfung: 21. Dezember 1906.

MÜNCHEN 1907.

Franz Humar, Lith. Kunstanstalt, Buch- und Steindruckerei, G. m. b. H., München.

Bestimmung der Stärke in Cerealien durch Polarisation.

Von der

K. Technischen Hochschule zu München

zur Erlangung der Würde eines Doktors der technischen Wissenschaften (Doktor-Ingenieurs) genehmigte Dissertation.

AGAD. BIBL. BAT. BIBL.

Vorgelegt von

GUSTAV BELSCHNER,

DIPLOM-INGENIEUR.

Referent: **PROF. DR. CARL LINTNER.**

Korreferent: **PROF. DR. ANDREAS LIPP.**

Tag der mündlichen Prüfung: 21. Dezember 1906.

MÜNCHEN 1907.

Franz Humar, Lith. Kunstanstalt, Buch- und Steindruckerei, G. m. b. H., München.

Meinen lieben Eltern
in Dankbarkeit gewidmet.

Nachstehende Untersuchungen wurden auf Veranlassung und unter Leitung des Herrn Professor Dr. C. J. Lintner im gährungschemischen Laboratorium der K. Technischen Hochschule zu München ausgeführt.

Es ist mir eine angenehme Pflicht, auch an dieser Stelle meinem hochverehrten Lehrer

Herrn Professor Dr. C. J. Lintner

für das mir stets erwiesene Wohlwollen und für die liebenswürdige Unterstützung bei der Ausführung dieser Arbeit meinen herzlichsten Dank auszusprechen.

Einleitung.

Die quantitative Bestimmung der Stärke in den Cerealien ist mit erheblichen Schwierigkeiten verknüpft. Besonders störend macht sich der Umstand geltend, dass eben neben der Stärke in den Cerealien andere Kohlenhydrate vorkommen, Hemicellulose, Pentosane u. s. w., welche der Stärke nahe stehen und sich bei der Analyse ähnlich wie diese verhalten. So kommt es, dass man je nach der Methode, welche man zur Bestimmung der Stärke anwendet, zu anderen Resultaten gelangt. In den Vereinbarungen zur Untersuchung der Nahrungs- und Genussmittel, sowie von Gebrauchsgegenständen für das Deutsche Reich, Heft I, wird die Stärke folgendermassen definiert: „Als Stärke bezeichnen wir diejenigen Kohlenhydrate, welche in kaltem Wasser unlöslich sind, aber durch Diastase oder überhitzten Wasserdampf löslich gemacht werden und nach der Inversion Fehling'sche Lösung reducieren." Dieser Definition entsprechend werden 3 verschiedene Methoden empfohlen, nämlich die Stärke wird in Lösung gebracht:

1. durch 3—4 stündiges Erhitzen im Dampftopf auf 3—4 Atmosphären;
2. durch Aufschliessen der Cerealien im Dampftopf durch $^1/_2$ stündiges Erhitzen bei 3 Atmosphären;
3. durch Kochen und Behandlung mit Diastase.

Allein diese Methoden geben, wie C. J. Lintner gezeigt hat [Zeitschrift f. ang. Ch. 1898 p. 725], verschiedene Werte für Stärke, weil durch die angegebene Behandlung stets mehr oder weniger Pentosane in Lösung gehen und nachher

durch die Behandlung mit Salzsäure zu reducierenden Zucker hydrolysiert werden.

Die höchsten Werte liefert nämlich 1, die niedrigsten 3. Die Differenz beträgt bis zu 5 %. Aber selbst 3 liefert noch zu hohe Werte und zwar hauptsächlich deshalb, weil selbst beim Kochen mit Wasser noch Pentosane in nicht unerheblichem Masse in Lösung gehen. Der in den Cerealien vorhandene Zucker wirkt weniger störend; er besteht hauptsächlich aus Saccharose, ist in sehr geringer Menge vorhanden, zudem wird wenigstens der Lävuloseanteil durch die Salzsäure bei der Inversion zerstört.

Den störenden Einfluss der Pentosane und des Zuckers auf die Stärkebestimmung in der Gerste auszuschliessen und so zu dem wahren Stärkegehalt zu gelangen bezweckt das Verfahren von Horace T. Brown*), welches darin besteht, dass der Zucker aus der Gerste vor der Behandlung mit Diastase ausgezogen und eine Inversion mit Salzsäure unterlassen wird. Man berechnet die Stärke aus der bei der Einwirkung der Diastase entstandenen Maltose, wobei man sich je nach der diastatischen Kraft des verwendeten Malzauszuges eines bestimmten Faktors zur Umrechnung der Maltose in Stärke bedient.

Die Methode wurde von uns nachgeprüft und dabei festgestellt, dass der von Brown angegebene Wert zur Berechnung der Stärke aus der Maltose zum mindesten noch unsicher ist. Ausserdem wurden noch folgende Punkte bei der Ausführung obiger Methode als störend empfunden.

Bei der Extraktion mittels Alkohol trat trotz Zugabe von Paraffin das lästige Schäumen ein. Ferner vermisst man in der Abhandlung die Angabe für die Herstellung des für die Bestimmung so wichtigen Malzauszuges. Der Verfasser erwähnt ferner nicht, ob vor dem Maischen des mit Alkohol extrahierten Mehles der Alkohol erst durch Trocknen entfernt werden, oder ob der mit Alkohol

---

*) Transactions of the Guinness Research Laboratory Vol. I. Part. I 1903 p. 79.

durchtränkte Inhalt der Hülse direkt zum Maischen verwendet werden soll. Die Entfernung des Alkohols dürfte aber geraten sein, da demselben eine Einwirkung auf den Umwandlungsprozess der Stärke in Maltose durch Diastase nicht abzusprechen ist. Im allgemeinen ist diese Methode, wenn auch ihre Ausführung weniger Zeit beansprucht als die übrigen Verfahren zur Bestimmung der Stärke, doch wenig für die Praxis geeignet.

C. J. Lintner*) suchte zu einem dem wahren Stärkewert möglichst angenäherten zu gelangen, indem er die Aufschliessung und Invertierung der Stärke in einer Operation durch Behandlung des Rohmaterials nach Sachsse vornimmt und die in der Lösung ermittelte Pentosanmenge in Abzug bringt.

Ergibt dieses Verfahren auch richtigere Werte für den Stärkegehalt der Cerealien als die oben erwähnten, so ist es für technische Zwecke doch zu umständlich und zeitraubend. Insbesondere ist es die Pentosanbestimmung, welche das Verfahren kompliziert.

Ein auf dem gleichen Prinzip beruhendes Verfahren haben später Stephan Weiser und Arthur Zaitscheck**) angegeben, ohne die Mitteilungen von C. J. Lintner zu erwähnen.

In dem Bestreben, eine neue für die Bedürfnisse der Praxis hinlänglich genaue und doch rasch ausführbare Methode zur Bestimmung der Stärke in den Cerealien ausfindig zu machen, erschien das Polarisationsverfahren das geeignetste zu sein und den gestellten Anforderungen am besten zu entsprechen. Von den in den Cerealien in grosser Menge vorkommenden Kohlenhydraten besitzt die Stärke, in löslichen Zustand übergeführt, das höchste Drehungsvermögen, sodass daneben die optische Aktivität der übrigen Bestandteile kaum störend ins Gewicht fallen konnte, zumal sich deren Drehung teils in positivem, teils in negativem Sinne äusserte und sich so teilweise ausgleichen musste.

---

*) l. c.

**) chem. Zentralblatt 1903. p. 70.

Der Weg, die Stärke durch Polarisation zu bestimmen, ist denn auch schon frühzeitig von Dubrunfaut und später von Effront betreten worden. Zur allgemeinen Anwendung gelangten diese Methoden nicht, da ihnen verschiedene Mängel anhafteten. Auf die Beseitigung dieser Mängel sind die folgenden Untersuchungen gerichtet und es dürfte nun tatsächlich gelungen sein, ein brauchbares Verfahren zur Bestimmung der Stärke durch Polarisation auszuarbeiten.

Die Werte, welche nun nach der unten zu besprechenden Methode erhalten werden, haben wir durch die nach der kombinierten Inversions- und Pentosan-Methode von Lintner erhaltenen Resultate kontrolliert, wobei sich eine durchaus befriedigende Uebereinstimmung ergab. Es dürfen somit die nach der Polarisationsmethode erhaltenen Werte als dem wahren Stärkegehalt sehr nahestehende angesehen werden.

Experimenteller Teil.

Effront veröffentlichte im Moniteur scientifique 1887 p. 538 eine Stärkebestimmungsmethode mittels Polarisation. Die Angaben für die Ausführung seiner Methode sind kurz folgende. Auf eine abgewogene Menge eines stärkereichen feingemahlenen Produktes lässt man eine bestimmte Menge konzentrierter Salzsäure einwirken, füllt dann mit Wasser auf 200 ccm auf und filtriert. Das Filtrat wird nun der Polarisation unterworfen, und so der Stärkegehalt bestimmt. Die Berechnung erfolgt nach der Formel:

$$c = \frac{100 \cdot \alpha}{l \cdot [\alpha]_D};$$

wobei c = gelöste gr Stärke in 100 ccm,
α = Ablenkungswinkel,
l = Länge des Polarisationsrohres,
$[\alpha]_D$ = spezifisches Drehungsvermögen der Stärke bedeuten.

Effront selbst gibt an, dass diese Methode sehr ungenau ist, und dass dieselbe hauptsächlich dazu dienen soll, in einem Handelsprodukt den Stärkegehalt, auf 2—3 Prozente genau, möglichst rasch zu bestimmen. Diese Methode wurde nachgeprüft und für verbesserungsfähig erachtet. Ausschlaggebend für die Ausarbeitung dieser Methode war der Umstand, dass dieselbe es ermöglichte, eine Stärkebestimmung mit geringem Zeitaufwand auszuführen.

Prüfung der Effront'schen Methode mittels reiner Gerstenstärke.

Um diese Methode zu prüfen, war es selbstverständlich notwendig, mit einem Stärkeprodukt zu arbeiten, dessen

Zusammensetzung von vornherein schon bekannt war. Zu diesem Zwecke wurde Gerstenstärke gewählt, welche im Laboratorium hergestellt und analysiert wurde.

A. Gewinnung der Gerstenstärke.

Die gutgewaschene Gerste wurde ungefähr 8 Tage in gewöhnlichem Leitungswasser eingeweicht, dem man einen kleinen Zusatz von schwefliger Säure gegeben hatte. Die so geweichte Gerste wurde dann mittels einer Fleischhackmaschine zerkleinert; das Zellgewebe wurde hiedurch zerrissen und die Stärkekörner wurden freigelegt. Der erhaltene Brei wurde nun mit Wasser, dem etwas Ammoniak zugegeben war, behandelt und dann in grossen Porzellanschalen dem Prozess des Schlämmens unterworfen. Die auf diese Art erhaltene Rohstärke, welche noch Hülsenteilchen enthielt, wurde abermals geschlämmt. Das zum Schlämmen verwendete Wasser erhielt diesmal einen Zusatz von Essigsäure, um die durch das Schlämmwasser hereingebrachten Karbonate zu zerstören und das vom ersten Schlämmverfahren noch vorhandene Ammoniak zu binden. Nach hierauf erfolgtem wiederholten Auswaschen und Sieben der Stärke mit destilliertem Wasser, wurde dieselbe auf eine Nutsche gebracht, dort nochmals ausgewaschen und bei Zimmertemperatur zwischen Filtrierpapier lufttrocken gemacht. Die so erhaltene Gerstenstärke hatte eine rein weisse Farbe.

B. Analyse der Gerstenstärke.

I. Wasserbestimmung:

Dieselbe wurde nach folgendem Verfahren bewerkstelligt. Die Stärkeprobe wurde in einem Trockenschrank eine Stunde bei 50° C. vorgetrocknet. Hierauf wurde innerhalb einer halben Stunde die Temperatur von 50° C. auf 120° C. gesteigert und diese Temperatur 4 Stunden innegehalten. Besonders ist darauf zu sehen, dass die Endtemperatur genau 120° beträgt.

Die Probe wurde dann in einem Exsiccator über konzentrierter Schwefelsäure erkalten lassen und gewogen.

	abgewogene Substanz	Gewichtsverlust	Prozente Wasser
I.	4,5354 gr	0,4012 gr	11,05 %
II.	4,3056 „	0,4808 „	11,17 „
III.	3,1986 „	0,3556 „	11,12 „

Mittel: 11,11 % Wasser.

II. Aschebestimmung:

Dieselbe wurde in einem Platinschälchen über einem Teclabrenner mit Pilzaufsatz wie üblich ausgeführt.

	abgewogene Substanz	Asche	Prozent Asche
I.	7,9108 gr	0,0032 gr	0,044 %
II.	7,0028 „	0,0031 „	0,0404 „

Mittel: 0,04 % Asche.

III. Stickstoffbestimmung.

Es wurden 3 gr Stärke nach der Methode von Kjeldahl der Stickstoffbestimmung unterworfen.

Gefunden: 0,085 % N 0,085 % N

Da es eine bekannte Tatsache ist, dass Stärke, welche mit Säuren oder Alkalien behandelt wurde, diese beim Auswaschen nur schwer abgibt, und da bei der Herstellung und Reinigung der Stärke Ammoniak und Essigsäure verwendet wurden, so war mit der Wahrscheinlichkeit zu rechnen, dass der Stickstoff nicht in Form von Proteïn, sondern als essigsaures Ammonium vorhanden sei. Die Analyse bestätigte dies auch, als 3 gr Stärke in einem Kolben mit 25 gr Magnesiumoxyd und der genügenden Menge Wasser destilliert wurden. Der Befund an Stickstoff betrug 0,085 gr wie vorher. Es ist daher aller Stickstoff in Form von Ammoniumacetat vorhanden. Auf Ammoniumacetat berechnet sich seine Menge zu: 0,467 %.

Zusammenstellung der Stärkeanalyse:

Asche:	0,04 %
Wasser:	11,11 „
Ammoniumacetat:	0,47 „
Nichtstärkeprodukte:	11,62 %
Stärke:	88,38 %

Die Kontrolle des Stärkegehaltes mittels der Dampftopf-Methode ergab die Richtigkeit obiger Analyse.

Befund: I. 88,61 % II. 88,42 % Stärke
Mittel: 88,51 % Stärke.

C. Prüfung der Effront'schen Methode mittels reiner Gerstenstärke.

Es wurde folgender Versuch angestellt und zwar genau nach den Vorschriften Effronts. 5 gr reine Gerstenstärke wurden in einer Reibschale mit 20 ccm konzentrierter Salzsäure übergossen und durch Umrühren zur Lösung gebracht. Nach vollendeter Lösung wurde die Flüssigkeit in ein 200 ccm fassendes Messkölbchen gespült und letzteres mit kaltem Wasser bis zur Marke aufgefüllt, filtriert und polarisiert. Die Polarisation wurde mit dem Laurent'schen Halbschatten-Apparat von Schmidt und Hänsch bei Natriumlicht ausgeführt. Zur Aufnahme der zu polarisierenden Flüssigkeit wurde ein 2 dm Rohr verwendet.

Bei Anstellung dieses Versuches ergaben sich nun folgende Schwierigkeiten:

1. Beim Anrühren mit konzentrierter Salzsäure bildeten sich Knöllchen, die infolge ihrer schlüpferigen Oberfläche nur schwer mit dem Pistill zu zerdrücken waren. Ferner setzte sich die Stärke so fest an die Wandungen der Reibschale an, dass sie nur langsam von der Salzsäure angegriffen wurde und nur schwer durch das Pistill zu entfernen war. Die Lösung der Stärke ward hiedurch eine langwierige.

2. Beim Verdünnen der klaren Stärkelösung mit Wasser schied sich stets ein weisser pulveriger Niederschlag ab, welcher um so grösser war, je länger man die verdünnte Lösung stehen liess. Der ausgeschiedene Niederschlag gab mit Jodlösung die Stärkereaktion. Er war in konzentrierten Säuren wieder löslich. Durch diese Ausscheidung entstanden Fehler bis zu 7 %. Durch Filtration konnte unter keinen Umständen ein klares Filtrat erzielt werden, da immer wieder neue Stärkemengen sich ausschieden und eine genaue polarimetrische Ablesung unmöglich machten.

Um die unter Ziffer 1 angegebenen Misstände zu beseitigen, wurden 5 gr Stärke erst mit Wasser angerührt, und zwar wurden 20 ccm angewendet, bis ein gleichmässiger Brei entstand, der vollkommen frei von Knöllchen war. Hierauf wurden unter Umrühren 40 ccm konzentrierte Salzsäure zugegeben, worauf nach 4—5 Minuten vollkommene Lösung eintrat. Das Gemenge wurde dabei zuerst dickflüssig und gallertartig, dann dünnflüssig und durchsichtig. Die Lösung war schwach gelb gefärbt.

Um die Ausscheidung der Stärke beim Verdünnen mit Wasser zu verhindern, wurde folgendes Verfahren für zweckmässig befunden. Da die weisse Ausscheidung in konzentrierten Säuren wieder löslich war, wurde nicht mit Wasser aufgefüllt, sondern es wurden Salzsäuren verschiedener Konzentration zum Auffüllen verwendet, und dabei die vom spezifischen Gewicht 1,125 für die passendste befunden. Die so erhaltene Lösung liess sich, durch ein starkes Filter filtriert, gut polarisieren.

Was die Einwirkungszeit der konzentrierten Salzsäure auf den Stärkebrei anbelangt, so sind die erhaltenen Resultate in einer Einwirkungszeit von 10—60 Minuten völlig gleich. Ebenso verändert die dem Polarisieren unterworfene Stärkelösung ihr Drehungsvermögen während eines Zeitraumes von 2 Stunden nicht.

Ausführung der Stärkebestimmung in Gerstenpräparaten und Bestimmung des spezifischen Drehungsvermögens von Gerstenstärke.

5 gr der analysierten Gerstenstärke werden in einer Reibschale mit 20 ccm destilliertem Wasser gut verrieben, bis ein gleichmässig dünner Brei entsteht; hierauf werden unter Umrühren 40 ccm konzentrierte Salzsäure zugegeben und unter mehrmaligem Bewegen der Flüssigkeit 30 Minuten stehen lassen. Nach Ablauf dieser Zeit wird die Flüssigkeit in ein 200 ccm fassendes Messkölbchen gespült. Die

Reibschale und das Pistill werden unter Zuhilfenahme eines Gummiwischers mit Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,125 quantitativ von der anhaftenden Stärkelösung befreit, und das Kölbchen wird mittels obiger Säure bis zur Marke aufgefüllt. Nach kräftigem Durchschütteln und Durchmengen wird der Inhalt durch ein doppeltes glattes Filter filtriert, und die dabei zuerst trüblaufende Flüssigkeit wieder aufgegeben. Die Lösung wird dann in einem Beobachtungsrohr von 2 dm Länge bei Natriumlicht polarisiert und das spezifische Drehungsvermögen berechnet. Die Ablenkung im 2 dm Rohr betrug: $8^0\ 51'$.

Daraus berechnet sich $[\alpha]_D$ wie folgt:

$$[\alpha]_D = \frac{100 \cdot \alpha}{l \cdot c};$$

$l = 2$ dm $\qquad [\alpha]_D = \frac{100 \cdot 8{,}85}{2 \cdot 2{,}209} = 200{,}3$

$c = 2{,}209$ gr in 100 ccm.

Das spezifische Drehungsvermögen für Gerstenstärke in der stark salzsauren Lösung beträgt demnach 200,3 und ist somit von demjenigen für lösliche Stärke in wässeriger Lösung angegebenen $[\alpha]_D = 196$ verschieden.

Kontrollbestimmung des spezifischen Drehungsvermögens für Gerstenstärke.

Dieser Versuch wurde, um sicher zu gehen, mit einem 2. Präparat von Gerstenstärke wiederholt.

Analyse des Stärkepräparates II.

Wasserbestimmung:

	angewandte Substanz	Gewichtsverlust	Prozent Wasser
1.	2,9998 gr	0,4932 gr	16,44%
2.	3,0040 „	0,4930 „	16,41 „

Stickstoffbestimmung:

	angewandte Menge	Prozent N	% Ammoniumacetat
1.	4 gr	0,0545%	0,299%
2.	4 „	0,0545 „	0,299 „

Aschebestimmung:

	angewandte Menge	Asche	Prozent Asche
1.	7 gr	0,0034 gr	0,048%
2.	7,0031 gr	0,0033 „	0,047 „

Zusammenstellung:

Wasser	16,44 %
Stickstoff [als Ammoniumacetat]	0,29 „
Asche	0,048 „
Nichtstärke:	16,778%
Stärke:	83,23 %.

Die Kontrollbestimmung für den Wert des spezifischen Drehungsvermögens wurde wie oben ausgeführt, und es ergab sich eine Ablenkung im 2 dm-Rohr von 8° 20′

$$[\alpha]_D = \frac{100 \cdot 8{,}33}{2 \cdot 2{,}08} = 200{,}2.$$

Es ergibt sich also aus den obengenannten Versuchen, dass das spezifische Drehungsvermögen für Gerstenstärke, unter dem man den richtigen Stärkegehalt erhält = 200,3 ist.

Anwendung der Methode zur Bestimmung des Stärkegehaltes der Gerste.

Um eine gute Lösung der Stärke durch konzentrierte Salzsäure zu ermöglichen, ist es nötig, die Gerste auf der Dreefs-Mühle bis zur Mehlfeinheit zu mahlen. Die im Mahlgut vorhandenen gröberen Teilchen wurden abgesiebt und wieder auf die Mühle gegeben, bis ein gleichmässig feines Mehl erzielt war. Nach gutem Durchmischen des Mehles wurde folgender Versuch angestellt:

5 gr der so präparierten Gerste wurden mit 20 ccm Wasser in einer Reibschale angerührt bis sämtliche Knöllchen verschwunden waren. Hierauf wurden 40 ccm konzentrierte Salzsäure zugegeben. Es entstand unter Umrühren zuerst ein dickflüssiger, hellgelber Brei, welcher allmählich dünnflüssig wurde und eine dunkelbraune Farbe

annahm. Nach 30 Minuten langer Einwirkungszeit wurde der Inhalt der Reibschale quantitativ in ein 200 ccm fassendes Messkölbchen gebracht und mittels Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1.125 bis zur Marke aufgefüllt. Nach kräftigem Umschütteln wurde die Flüssigkeit auf ein Faltenfilter gegeben, welches durch Unterlegen eines kleinen glatten Filters vor dem Durchreissen geschützt wurde. Das Filtrat ging jedoch trüb durchs Filter und konnte unter keinen Umständen klar gebracht werden. Zum Polarisieren war es deshalb unbrauchbar.

Versuche um ein klares Filtrat zu erzielen.

Um den üblen Misstand des trüben Filtrierens zu heben, wurde versucht der Trübung dadurch Herr zu werden, dass man einen Zusatz von Phosphorwolframsäure gab, welche die Eigenschaft besitzt Eiweisstoffe zu fällen. Man wählte zu diesem Zwecke eine zirka 4%ige Lösung derselben, indem man 4 gr der käuflichen krystallisierten Phosphorwolframsäure in 100 Teilen Wasser löste. Gab man vor dem Auffüllen auf 200 ccm einige Kubikzentimeter dieser Lösung zu und schüttelte kräftig um, so zeigte es sich, dass durch Filtration ein vollkommen blankes Filtrat erzielt wurde, das sich vorzüglich zu einer polarimetrischen Bestimmung eignete.

Versuche über die anzuwendende Menge Phosphorwolframsäurelösung.

Bei Zugabe einer Menge von 10 ccm der 4%igen Phosphorwolframsäurelösung zeigte es sich, dass ein weisser Niederschlag ausfiel, welcher der Hauptsache nach aus Eiweisskörpern bestehen dürfte Da die Eiweisskörper die Ebene des polarisierten Lichtes nach links drehen, während die lösliche Stärke eine starke Rechtsdrehung erzeugt, so musste man, wenn die Eiweisskörper gefällt werden, je nach dem Zusatz von Phosphorwolframsäurelösung eine mehr

oder weniger starke Zunahme der Drehung bewirken. Dieselbe dürfte dann bis zur Entfernung aller links drehenden Substanzen ein Maximum erreichen und dann auf Zusatz von weiteren Mengen Phosphorwolframsäure wieder kleiner werden, da durch einen Ueberschuss von Phosphorwolframsäurelösung Stärke gefällt wird. Diese Voraussetzung wurde durch Versuche bestätigt.

Es wurden 7mal je 5 gr feingemahlener Gerste mit 20 ccm Wasser verrührt, 40 ccm konzentrierte Salzsäure zugegeben und 30 Minuten der Einwirkung dieses Gemisches ausgesetzt. Die Flüssigkeit wurde dann in ein 200 ccm fassendes Messkölbchen gegeben, und vor dem Auffüllen bis zur Marke mittels Salzsäure (1,125) wurden verschiedene Zusätze einer 4%igen Phosphorwolframsäurelösung zugegeben. Man erhielt hiebei folgende Resultate:

Zusatz von P. W. S. L.	Ablenkung
	filtriert nicht klar
2 ccm	
5 ccm	5° 18'
8 ccm	5° 33'
10 ccm	5° 38'
13 ccm	5° 35'
15 ccm	5° 30'
18 ccm	5° 25'

Hieraus ist zu sehen, dass die Werte bei Zusatz von 8—13 ccm einer 4%igen Phosphorwolframsäurelösung nahezu gleich sind, besonders wenn man die Ablesungsfehler in Betracht zieht, und ein Maximum erreichen. Oberhalb und unterhalb dieser Zusatzmengen wurden kleinere Ablenkungswinkel abgelesen. Ein Zusatz von 10 ccm dürfte demnach ein richtiger sein, und es wurde obige Menge bei den folgenden Versuchen immer zugegeben.

Bestimmung der Einwirkungszeit der konzentrierten Salzsäure.

Wie es sich bei den Versuchen mit reiner Gerstenstärke gezeigt hat, bleiben die Werte für die polarimetrische

Ablesung konstant, gleichviel ob die Einwirkungszeit der konzentrierten Salzsäure 10 oder 60 Minuten beträgt. Das Ergebnis der Versuche mit feingemahlener Gerste ergab bei einer Einwirkungsdauer von 30 Minuten ein Ablenkungsmaximum.

Die Versuche wurden in der Weise ausgeführt, dass je 5 gr der feingemahlenen Gerste mit 20 ccm Wasser angerieben und nach Zugabe von 40 ccm konzentrierter Salzsäure je 10', 30', 50' und 70 Minuten deren Einwirkung ausgesetzt wurden. Nach Zusatz von 10 ccm 4%iger Phosphorwolframsäurelösung, Auffüllen auf 200 ccm und Filtrieren wurde polarisiert. Das Ergebnis der angestellten Versuche war folgendes:

Einwirkungsdauer der H Cl.	Ablenkungswinkel
10 Minuten	5° 35'
30 „	5° 37'
50 „	5° 33'
70 „	5° 33'

Beständigkeit der salzsauren Stärkelösung.

Was die Beständigkeit der klarfiltrierten, zu polarisierenden Stärkelösung anbelangt, so wurde festgestellt, dass sich ihr Drehungsvermögen innerhalb einer Stunde nicht merklich ändert. Bei längerem Stehen tritt infolge Glucosebildung ein Sinken der Ablesungswerte ein. Nach 5stündigem Stehen trat eine Trübung auf, die eine polarimetrische Ablesung ohne abermalige Filtration zur Unmöglichkeit machte. Durch Versuche wurden folgende Werte festgestellt.

Nach	1	stündigem	Stehen	betrug	die	Ablesung 5° 38'
„	2	„	„	„	„	„ 5° 34'
„	3	„	„	„	„	„ 5° 30'
„	4	„	„	„	„	„ 5° 28'
„	5	„	„	„	„	„ 5° 26'

Ausführung der Stärkebestimmungsmethode durch Polarisation.

Bei den vorhergehenden Versuchen an feingemahlener Gerste wurde festgestellt, dass die richtige Einwirkungszeit für konzentrierte Salzsäure 30 Minuten beträgt, und dass ein Zusatz von 10 ccm einer 4 %igen Phosphorwolframsäurelösung die höchsten Werte gibt. Es wurde deshalb die Ausführung des Verfahrens folgendermassen festgesetzt:

5 gr der feingemahlenen Gerste werden mit 20 ccm destilliertem Wasser zu einem gleichmässigen Brei angerieben. Nach Zugabe von 40 ccm konzentrierter Salzsäure lässt man das Gemenge unter öfterem Umrühren 30 Minuten lang stehen. Hierauf wird die Flüssigkeit in ein Messkölbchen von 200 ccm Inhalt gespült, wobei die Reibschale und das Pistill quantitativ mittels verdünnter Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,125 gereinigt werden. Hierauf wird ein Zusatz von 10 ccm der 4 %igen Phosphorwolframsäurelösung zugegeben und mittels obiger Salzsäure bis zur Marke aufgefüllt. Nach kräftigem Durchschütteln wird durch ein Faltenfilter, dessen Boden man zweckmässig durch ein kleines Filterchen vor dem Durchreissen schützt, filtriert. Die anfangs trüb laufende Flüssigkeit wird wieder aufgegeben, bis ein vollkommen blankes Filtrat erzielt wird. Letzteres wird dann in ein 2 dm Rohr gefüllt und im Laurent'schen Halbschattenapparat von Schmidt und Hänsch bei Natrium-Licht polarisiert.

Die Ablesungswerte betrugen in einem bestimmten Fall 5° 38′ und 5° 37′. Legt man der Berechnung das schon früher bestimmte Drehungsvermögen der Gerstenstärke = 200,3 zu grunde, so erhält man folgende Resultate für den Stärkegehalt der Gerste:

I.) $C = \frac{100 \cdot 5{,}63}{2 \cdot 200{,}3} = 1{,}406$ gr Stärke in 100 ccm oder 2,5 gr Gerste.

In Prozenten ausgerechnet: **56,24** % Stärke.

II.) $C = \frac{100 \cdot 5{,}62}{2 \cdot 200{,}3} = 1{,}403$ gr Stärke in 100 ccm oder 2,5 gr Gerste.

In Prozenten ausgerechnet: **56,12** % Stärke.
Mittel: **56,18** % Stärke auf lufttrockne Substanz.
Wassergehalt der Gerste: 12,01 %.
Auf Trockensubstanz berechnet: **63,85** % Stärke.

Vergleich der Resultate der Polarisationsmethode mit denjenigen der kombinierten Stärke-Pentosan-Methode.

Wie schon oben erwähnt, sollte der nun nach der Polarisationsmethode erhaltene Stärkewert durch das kombinierte Inversions- und Pentosan-Verfahren kontrolliert werden. Zu diesem Zwecke wurde der Stärkegehalt der Gerste nach der von C. J. Lintner in der Zeitschrift für angewandte Chemie B. 1898 p. 728 angegebenen Vorschrift bestimmt. Die Aufschliessung und Invertierung der Stärke wurde in einer Operation vorgenommen, indem 2 mal je 3 gr Gerste nach obengenannten Vorschriften invertiert, und die Zuckerbestimmungen nach der Methode von Kjeldahl ausgeführt wurden. Als Resultat wurde 63,99 % Stärke plus Pentosan, bezw. Stärkewert des Fehling'sche Lösung reduzierenden Zuckers gefunden.

	I.	II.
Gewogene Menge Cu O:	0,2605 gr	0,2612 gr
Auf Cu berechnet:	0,2081 „	0,2086 „
Dextrose:	0,1064 „	0,1069 „
Berechnete Dextrose in 3 gr:	2,128 „	2,138 „
Berechnete Stärke in 3 gr:	1,915 „	1,938 „
Prozente:	63,84 %	64,14 %

Mittel: 63,99 % Stärkewert des reduzierenden Zuckers.

Um nun dem wahren Stärkewert möglichst nahe zu kommen, müssen noch die Pentosane bestimmt werden. C. J. Lintner schlägt daher vor, die Pentosane in der zur Zuckerbestimmung verwendeten Lösung zu ermitteln. Zu diesem Zwecke wurden 400 ccm des neutralisierten Filtrates, von der Stärkebestimmung durch Inversion herrührend,

auf dem Wasserbad eingedampft. Der Rückstand wurde nach Tollens mittels 100 ccm Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,06 quantitativ aus der Abdampfschale in einen Kolben von 250—300 ccm Inhalt gespült. Der Kolben wurde auf einem Metallbad erhitzt und stand mit einem Kühler und einer Hahnpipette in Verbindung. Das Metallbad wurde so erhitzt, dass in 10—15 Minuten 30 ccm übergehen. Das Destillat wurde in kleinen Bechern, welche bei 30 ccm mit einer Marke versehen waren, aufgefangen. Sobald 30 ccm überdestilliert waren, goss man den Inhalt in ein grosses, bei 400 ccm mit einer Marke versehenes, Becherglas und liess durch den Hahntrichter 30 ccm Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,06 in den Destillationskolben fliessen. Dieses Verfahren wurde solange fortgesetzt, bis ein Tropfen des Destillats auf ein mit einer Lösung von Anilin in 50%iger Essigsäure getränktes Papier keine rote Reaktion mehr gab. Nun fügte man 0,3 gr reines Phloroglucin, welches in 12%iger Salzsäure gelöst wurde, zu, ergänzte mit Salzsäure bis zur Marke und liess nach dem Umrühren über Nacht stehen. Hierauf wurde der Niederschlag durch einen gewogenen Gooche Tiegel filtriert und mit 150 ccm Wasser ausgewaschen. Der völlig chlorfreie Niederschlag wurde genau 4 Stunden bei 105° C getrocknet und infolge seiner hykroskopischen Eigenschaften in einem Wägegläschen mit eingeschliffenem Stöpsel gewogen.

	I	II
Gewicht des gewogenen Niederschlags:	0,2016 gr	0,2038 gr
Auf Pentosan berechnet:	0,1835 „	0,1844 „
Pentosan in 3 gr	0,2294 „	0,2305 „
Prozente	7,65%	7,68%

Mittel 7,66% Pentosan.

Wahrer Stärkegehalt: 63,99 — 7,66 = **56,33%**.

Vergleicht man die Ergebnisse, welche durch die Polarisationsmethode und durch das kombinierte Verfahren erhalten wurden, so ist die Uebereinstimmung beider eine befriedigende.

Stärkegehalt durch das kombinierte Verfahren: **56,33%**
Stärkegehalt durch Polarisation: **56,17%**.

Aus obigen Resultaten ist ersichtlich, dass die in der Gerste enthaltenen Pentosane und Gummikörper bei der Stärkebestimmung durch Polarisation fast gar nicht in Betracht kommen, da dieselben ein im Verhältnis zur löslichen Stärke geringes Drehungsvermögen besitzen, welches wiederum teils positiv teils negativ ist und sich auf diese Weise zum grössten Teil ausgleicht. Die Methode hat im Vergleich zu den übrigen Stärkebestimmungsverfahren den Vorzug grosser Zeitersparnis bei verhältnismässig genügender Genauigkeit.

Es wurde nun eine Anzahl Gersten nach der Polarisationsmethode analysiert und gleichzeitig der Stickstoffgehalt nach Kjeldahl bestimmt. Es ist bekannt, dass zwischen Stickstoff- bezw. Proteingehalt und Stärkegehalt der Gerste eine Beziehung besteht derart, dass je höher der Proteingehalt, desto niedriger der Stärkegehalt ist. Bei den bisher üblichen Methoden der Stärkebestimmung tritt diese Beziehung allerdings nicht immer klar genug zutage. Es war daher von Interesse zu sehen, wie sich diese Verhältnisse bei der Stärkebestimmung nach der Polarisationsmethode gestalten.

Nachstehend folgen nun die Analysen von 10 Gersten, welche nach ihrem Stickstoffgehalt geordnet sind.

Protein		Stärkegehalt	
N × 6,25	Wasser	auf wasserhaltige G.	auf Trockensubst.
9,25%	12,30%	56,24%	64,13%
9,63 „	11,75 „	57,08 „	64,67 „
9,81 „	10,94 „	57,24 „	64,26 „
10,— „	11,42 „	55,42 „	62,56 „
11,— „	12,28 „	54,92 „	62,61 „
11,56 „	11,41 „	54,72 „	61,77 „
11,69 „	11,81 „	54,76 „	62,09 „
12,13 „	12,43 „	53,22 „	60,77 „
13,38 „	11,76 „	53,00 „	60,06 „
14,38 „	12,36 „	51,58 „	58,86 „ .

Bei den übrigen Methoden zur Stärkebestimmung treten die Beziehungen zwischen Eiweiss- und Stärkegehalt nicht so deutlich in die Erscheinung.

Vor dem Abschluss des Abschnittes über Bestimmung der Stärke in feingemahlener Gerste mittels der Polarisationsmethode, mögen einige Beobachtungen mitgeteilt werden, welche während der Ausarbeitung der Methode aufgestossen sind.

So wurde anfangs zum Auffüllen des Messkölbchens bis zur Marke nicht Salzsäure sondern, wie es Effront vorgeschrieben hatte, destilliertes Wasser verwendet. Auch hier konnte, wie schon bei den Versuchen mit reiner Gerstenstärke angegeben wurde, kein klares Filtrat erzielt werden, indem sich immer wieder neue Stärkemengen abschieden. Erst auf Zusatz von Phosphorwolframsäure erhielt man ein klares Filtrat. Auch hier beim Auffüllen mit Wasser wurden stets konstante Werte erzielt, nur waren sie entsprechend niedriger. Bei einem Zusatz von 1—40 ccm Phosphorwolframsäurelösung entstand ebenfalls ein Maximum, sodass auch hier die linksdrehenden Substanzen zuerst ausgefällt zu werden scheinen und dann erst die Stärke. Aus den hier angeführten Resultaten ist dies leicht zu erkennen.

Zusatz von 4%iger P. W. S. L.	Ablenkung
1 ccm	4° 51′
3 „	4° 51′
5 „	4° 50′
7 „	5° 04′
9 „	5°
10 „	5°
11 „	5°
14 „	5°
18 „	5°
28 „	4° 45′
34 „	4° 39′
40 „	4° 32′

Die schon vorher angegebene Einwirkungszeit von 30 Minuten der konzentrierten Salzsäure auf feingemahlene Gerste wurde auch hier bestätigt, trotz der Verwendung von Wasser zum Auffüllen des Messkölbchens bis zur Marke.

Einwirkungsdauer	Ablenkung
10′	4° 45′
20′	4° 49′
30′	4° 59′
40′	4° 57′
50′	4° 58′
60′	5°

Es wurde nun weiterhin die Methode auf die Bestimmung der Stärke in Kartoffeln, Roggen, Weizen, Mais, Reis und Malz ausgedehnt.

Anwendung der Polarisationsmethode auf Kartoffelstärke.

Zunächst war hier wieder die spezifische Drehung der Kartoffelstärke in der salzsauren Lösung zu bestimmen.

Um reine Kartoffelstärke zu erhalten, wurde durch wiederholtes Schlämmen einer prima Kartoffelstärke des Handels eine Reinigung erzielt. Die geschlämmte Stärke wurde bei Zimmertemperatur zwischen Filtrierpapier getrocknet und analysiert.

Analyse der Kartoffelstärke:

A) Aschebestimmung:

	abgewogene Menge	Asche	Prozent Asche
I)	6,0002 gr	0,0154 gr	0,25%
II)	6,0030 „	0,0150 „	0,25 „

Mittel 0,25% Asche.

B) Wasserbestimmung:

Dieselbe wurde nach denselben Vorschriften ausgeführt, wie die der Gerstenstärke.

	abgewogene Menge	Wasser	Prozent Wasser
I)	3,0420 gr	0,5282 gr	17,36 %
II)	3,0006 „	0,5208 „	17,35 „
III)	3,0003 „	0,5209 „	17,36 „

Mittel: 17,36 % Wasser.

C. Stickstoffbestimmung:

Die Analyse auf Protein ergab ein negatives Resultat.

Zusammenstellung:

Wassergehalt:	17,36 %
Aschegehalt:	0,25 „
Nichtstärke:	17,61 %
Stärke:	82,39 „ .

Bestimmung des spezifischen Drehungsvermögens für Kartoffelstärke.

5 gr Kartoffelstärke wurden in einer Reibschale mit 20 ccm Wasser angerührt und dann 40 ccm konzentrierte Salzsäure zugegeben und 30 Minuten deren Einwirkung ausgesetzt. Die Lösung erfolgte hier unter Wahrnehmung eines intensiven Geruches nach frisch gekeimter Gerste, welcher sonst bei keiner anderen Stärkeart beobachtet wurde. Das Einfüllen in das Kölbchen, das Filtrieren und Polarisieren geschah nach denselben Normen wie bei der Gerstenstärke. Bei wiederholten Versuchen zeigte es sich, dass der mittlere Ablenkungswinkel $8^0\ 25'$ war.

Hieraus berechnet sich das spezifische Drehungsvermögen zu:

$$[\alpha]_D = 204{,}3.$$

Stärkebestimmung in den Kartoffeln.

Eine direkte Bestimmung in Kartoffelrübsel, erhalten auf einer Küchenreibe, führte nicht zum Ziel, offenbar weil nicht alle Zellen geöffnet werden und so Stärke der Lösung

entgeht. Durch Herstellung eines geschliffenen Breies, wie er von den Zuckerrüben zum Zwecke der Polarisation gewonnen wird, dürfte vielleicht auch die direkte Stärkebestimmung Erfolg haben. Es wurde daher die Stärke zunächst in der fein zerkleinerten, lufttrocken gemachten Kartoffelsubstanz bestimmt.

Zu diesem Zwecke wurden 200 gr Kartoffeln gewaschen und in dünne Scheibchen geschnitten. Dieselben wurden an einem warmen Ort getrocknet, in einer Reibschale entsprechend zerkleinert und in der Dreefsmühle feingemahlen. Das erhaltene Pulver war von grauweisser Farbe.

Untersuchung des Kartoffelmehls.

A) Wasserbestimmung:

	abgewogene Menge	Gewichtsverlust	Prozent Wasser
I)	2,9948 gr	0,3448 gr	11,47 %
II)	2,9980 „	0,3530 „	11,77 „

Mittel: 11,62 % Wasser.

B) Stärkebestimmung durch Inversion.

	I	II
Kupferoxyd	0,2904 gr	0,2904 gr
Kupfer	0,2320 „	0,2320 „
Glucose	0,1103 „	0,1103 „
Prozent Stärke	66,17 %	66,17 %

Mittel: 66,17 % = Stärkewert des reduzierenden Zuckers.

C) Pentosanbestimmung.

Dieselbe wurde in 400 ccm der invertierten Zuckerlösung nach den Vorschriften von Tollens ausgeführt.

	I	II
Gewicht des Niederschlags	0,0348 gr	0,0320 gr
„ „ Pentosan	0,035 „	0,033 „

Prozent Pentosan: 0,83 %

Wahrer Stärkegehalt: 66,17 — 0,83 = 65,34 %.

Stärkebestimmung mittels der Polarisationsmethode.

Es wurden je 5 gr des Mehles mit 20 ccm Wasser in einer Reibschale angerührt, dann 40 ccm konzentrierte Salzsäure zugegeben und 30 Minuten unter häufigem Umrühren stehen lassen. Nach dem Ueberfüllen in ein 200 ccm Messkölbchen und Zugabe von 10 ccm einer 4%igen Phosphorwolframsäurelösung, Auffüllen auf 200 ccm mit Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,125 wurde filtriert. Bei verschiedenen Versuchen betrug die mittlere Ablenkung 6° 43'. Hieraus berechnet sich der Stärkegehalt:

$$c = \frac{100 \,.\, 6{,}72 \,.\, 2}{2 \,.\, 204{,}3 \,.\, 5} = 65{,}32\,\%\ \text{Stärke.}$$

Zusammenstellung:

Inversionsmethode abzüglich Pentosane:	65,34% Stärke
Polarisationsmethode:	65,32 „ „

Die Uebereinstimmung beider ist befriedigend. Auf frische Kartoffeln berechnet sich der Stärkegehalt wie folgt:

Wassergehalt der frischen Kartoffeln:	75,18%
Wassergehalt des Kartoffelmehls:	11,62 „
Stärkegehalt des Kartoffelmehls:	65,34 „
Auf Trockensubstanz berechnet:	73,93 „
Auf frische Kartoffel berechnet:	21,31 „

Frische Kartoffel = 18,35% Stärke.

Bestimmung des spezifischen Drehungsvermögens der Roggenstärke.

Die Herstellung der Roggenstärke geschah nach demselben Verfahren, wie die der Gerstenstärke.

Die Analyse derselben ergab folgende Resultate:

	I	II
A) Wasserbestimmung:	16,74%	16,78%

Mittel: 16,76% Wasser;

B) Aschebestimmung:	0,1%	0,1 „

Mittel: 0,1% Asche;

C) Protein 0,15 % 0,15 %

Mittel: 0,15 % Protein.

Zusammenstellung:

Nichtstärke: 17,01 %
Stärke: 82,99 „ .

Der mittlere Ablenkungswinkel betrug bei 4 Bestimmungen 8° 22'.

Daraus berechnet sich das spezifische Drehungsvermögen zu:

$[\alpha]_D = 201{,}6$ für Roggenstärke.

Stärkebestimmung durch Polarisation in einem Roggen.

In einem feingemahlenen Roggen wurde die Stärke nach obiger Methode bestimmt. Es zeigte sich dabei, dass das zu filtrierende Gemisch sich schwerer filtrieren lässt, als die vorhergehenden. Auch war das Filtrat von braungelber Farbe und deshalb schwerer zu polarisieren. Es ist deshalb vorteilhaft, die abgelesene Ablenkung im 2 dm-Beobachtungsrohr durch eine solche im 1 dm-Rohr zu kontrollieren. Im übrigen verläuft die Ausführung der Methode ohne jede weitere Schwierigkeit. Die Analyse des Roggens ergab:

Wassergehalt: 12,43 %
Proteingehalt: 14,38 „
Stärkegehalt: 49,40 „
Ablenkungswinkel: 4° 59'

Auf Trockensubstanz berechnet: 56,41 % Stärke.

Bestimmung des spezifischen Drehungsvermögens der Weizenstärke.

Die Herstellung der Weizenstärke geschah ebenfalls nach demselben Prinzip, wie die der Gerstenstärke. Die Analyse lieferte folgende Resultate:

	I	II
Wassergehalt:	16,87 %	16,90 %
	Mittel: 16,89 % Wasser.	
Aschegehalt:	0,10 %	0,10 %
	Mittel: 0,1 % Asche.	
Proteingehalt:	0,46 %	0,46 %
	Mittel: 0,46 % Protein.	

Zusammenstellung:

Nichtstärke:	17,45 %
Stärke:	82,55 „ .

Der mittlere Ablenkungswinkel betrug: 8° 19′. Das spezifische Drehungsvermögen berechnet sich daraus zu

$[\alpha]_D = 202{,}4$ für Weizenstärke.

Stärkebestimmung eines feingemahlenen Weizens durch Polarisation.

Auch hier zeigte es sich, dass das Flüssigkeitsgemenge wie beim Roggen schwerer filtrierte. Das Filtrat hatte ebenfalls eine gelbbraune Färbung, weshalb sich eine Kontroll-Polarisation im 1 dm-Beobachtungsrohr empfiehlt. Im übrigen stiess man bei der Stärkebestimmung nach dieser Methode auf keine weitere Schwierigkeit. Die Analyse eines oberbayerischen Weizens ergab folgende Resultate:

Wassergehalt:	12,22 %
Proteingehalt:	12,13 „
Stärkegehalt:	56,58 „
Ablenkung:	5° 42′

Auf Trockensubstanz berechnet: 64,45 % Stärke.

Bestimmung des spezifischen Drehungsvermögens von Maisstärke.

Zur Analyse wurde eine aus der Technik stammende reine Maisstärke verwendet. Die Analyse ergab:

	I	II
Wassergehalt:	13,94 %	13,90 %

Mittel: 13,92 % Wasser.

Aschegehalt:	0,28 %	0,28 „

Mittel: 0,28 % Asche.

Proteingehalt: negativ

Zusammenstellung:

Nichtstärke:	14,20 %
Stärke:	85,80 „ .

Der mittlere Ablenkungswinkel betrug: 8° 38'. Daraus berechnet sich das spezifische Drehungsvermögen zu

$[\alpha]_D = 201{,}2$ für Maisstärke.

Stärkebestimmung von Mais durch Polarisation.

Zur Analyse wurde ein feingemahlener weisser, amerikanischer Mais verwendet. Die Ausführung der Methode bereitete hier keine Schwierigkeiten. Die Filtrate waren vollkommen blank und nahezu farblos. Die Analyse ergab folgende Werte:

Wassergehalt:	11,37 %
Proteingehalt:	9,13 „
Stärkegehalt:	64,12 „
Drehungswinkel:	6° 27'

Auf Trockensubstanz berechnet: 70,70 % Stärke.

Bestimmung des spezifischen Drehungsvermögens von Reisstärke.

Zur Analyse wurde eine von der Hoffmann'schen Stärkefabrik in Salzuflen zur Verfügung gestellte reine Strahlenstärke verwendet. Die Analyse ergab folgende Resultate:

	I	II
Wassergehalt:	14,63 %	14,65 %

Mittel: 14,64 % Wasser.

Proteingehalt: 0,44 % 0,44 %
Mittel: 0,44 % Protein.
Aschegehalt: 0,65 % 0,65 „
Mittel: 0,65 % Asche.

Zusammenstellung:

Nichtstärke: 15,73 %
Stärke: 84,27 %.

Der mittlere Ablenkungswinkel betrug 8° 32'. Daraus berechnet sich das spezifische Drehungsvermögen zu $[\alpha]_D = 202{,}5$ für Reisstärke.

Stärkebestimmung von Reis durch Polarisation.

Zur Analyse wurde ein geschälter Kochreis feingemahlen. Die Ausführung der Bestimmung ging hier ebenfalls glatt vonstatten; das Filtrat war blank und farblos. Die Ergebnisse der Analyse sind folgende:

Wassergehalt: 13,68 %
Proteingehalt: 7,59 „
Stärkegehalt: 72,04 „
Ablenkungswinkel: 7° 42'

Auf Trockensubstanz berechnet: 83,45 % Stärke.

Bestimmung des spezifischen Drehungsvermögens von Malzstärke.

Die Herstellung der Malzstärke erfolgte nach demselben Verfahren, wie die der Gerstenstärke. Die Analyse ergab folgende Resultate:

	I.	II.	III.
Wassergehalt:	14,02 %	14,12 %	14,09 %
	Mittel: 14,07 % Wasser		
Aschegehalt:	0,28 %		0,28 %
	Mittel: 0,28 % Asche		
Proteingehalt:	0,38 %		0,38 %
	Mittel: 0,38 % Protein.		

Zusammenstellung:

Nichtstärke	14,73 %
Stärke	85,27 „
Mittlerer Ablenkungswinkel	8° 25′
Spez. Drehungsvermögen	197,4.

Betrachtet man die Werte für das spezifische Drehungsvermögen der übrigen Stärkearten, so sieht man, dass alle Werte über 200 liegen. Das niedrige Drehungsvermögen der Malzstärke lässt sich nur dadurch erklären, dass derselben stets noch geringe Mengen Maltose beigemengt sind, die sich nur schwer von der Stärke trennen lassen, da es ja eine bekannte Tatsache ist, dass die Stärke einen einmal in sich aufgenommenen Zusatz nur schwer wieder abgibt, wie wir solches anfangs bei der Verunreinigung der Gerstenstärke durch essigsaures Ammonium gesehen haben. Da nun die in der Malzstärke enthaltene Maltose ein Drehungsvermögen von ca. 140—150 hat, so drückt sie den Wert des spezifischen Drehungsvermögens der Malzstärke herab, weshalb oben gefundener Wert für $[\alpha]_D$ = 197,4 nicht richtig sein dürfte und durch den für Gerstenstärke gefundenen Wert $[\alpha]_D$ = 200,3 zu ersetzen ist. Bei der nun folgenden Untersuchung eines Malzes wurde auch nebenstehender Wert zur Berechnung des Stärkegehaltes verwendet.

Stärkebestimmung von Malz durch Polarisation.

Will man im Malz die Stärke durch Polarisation bestimmen, so ist es nötig, die im Malz gegenüber dem Getreide in nicht unerheblichen Mengen vorhandenen Zuckerarten nach dem von Horace T. Brown (s. oben) angegebenen Verfahren, oder nach Moson (Zeitschrift f. ges. Brauwesen) zu entfernen.

Es wurde nun in einem Malz nach der Polarisationsmethode die Stärke bestimmt und dabei folgendermassen

verfahren. 5 gr feingemahlenes Malz wurden in einer Extraktionshülse, deren obere Oeffnung leicht mit Watte verschlossen war, in dem von H. Brown angegebenen Extraktionsapparat mittels Alkohol vom spezifischen Gewicht = 0,92 7 Stunden lang extrahiert. Es ist dabei darauf zu achten, dass die Temperatur des Hülseninhaltes 40° C. nicht überschreitet, da sonst leicht Verkleisterung eintritt. Nach beendigter Extraktion wird die Hülse samt Inhalt in einem Trockenschrank, dessen Temperatur 40° C. beträgt, getrocknet. Hierauf wird der Inhalt quantitativ aus der Hülse entfernt, in eine Reibschale gegeben und mit 20 ccm Wasser übergossen und gut verrieben. Die weitere Behandlung des extrahierten Malzes, wie Zusatz von 40 ccm konzentrierter Salzsäure etc. geschieht nach den angegebenen Vorschriften und bereitet keine Schwierigkeiten. Die Analyse ergab folgende Ergebnisse:

Wassergehalt des Malzes:	5,28%
Ablenkungswinkel:	5° 34'
Stärkegehalt:	55,58%
auf Trockensubstanz berechnet:	58,68 „ Stärke.

Zusammenstellung aus den bisher angeführten Untersuchungen.

Spezifisches	Drehungsvermögen	der	Gerstenstärke	200,3,
„	„	„	Roggenstärke	201,6,
„	„	„	Weizenstärke	202,4,
„	„	„	Maisstärke	201,5,
„	„	„	Reisstärke	202,5,
„	„	„	Kartoffelstärke	204,3,
„	„	„	Malzstärke	200,3.

Man sieht hieraus, dass alle Stärkearten ein spezifisches Drehungsvermögen von durchschnittlich 202 besitzen; der für die Malzstärke angegebene Wert ist weiter oben gerechtfertigt worden.

Was die Ausführung der hier ausgearbeiteten Methode anbelangt, so muss bemerkt werden, dass sämtliche untersuchten Cerealien feingemahlen waren, und dass das Mahlgut frei von gröberen Teilchen war. Die Bestimmungen wurden alle bei Zimmertemperatur = 20° C. ausgeführt.

Als Polarisationsröhre bedient man sich am besten eines Patentbeobachtungsrohres mit Hartgummifassung von Schmidt und Hänsch. Dasselbe ist an einem Ende erweitert, wodurch Luftblasen aus dem Gesichtsfelde entfernt werden. Ein vollkommenes Auffüllen des Rohres ist deshalb nicht nötig.

Was die Ablesung und Polarisation selbst anbelangt, so wurden von jeder Bestimmung ungefähr 5 Ablesungen gemacht und dann der mittlere Wert genommen. Eine Bestimmung selbst erforderte durchschnittlich 1 Stunde; wurden mehrere angesetzt, so mindert sich die Zeit herab, da die nächste immer dann angefangen werden kann, während die andere filtriert und polarisiert wird. Das Auswaschen der Reibschale mittels Salzsäure 1,125 und die Reinigung des Pistills muss mit Hilfe eines Gummiwischers quantitativ vorgenommen werden.

Bei der Berechnung ist es nicht einmal nötig, die für die einzelnen Stärkearten angegebenen Werte für das spezifische Drehungsvermögen einzusetzen; wenn man den Durchschnittswert 202 für alle Stärkearten einsetzt, so erhält man Resultate von genügender Genauigkeit für die Praxis. Für genaue Untersuchungen sind selbstverständlich obige Werte zu benützen. Im übrigen liefert diese Methode konstante Werte von guter Uebereinstimmung.